

Preservation of wood by thermal treatment and impregnation, comprises heating the wood to decompose hemicellulose before immersion into cooler bath of impregnant.

Patent Number WO 2002000404 A1 3 January, 2002

Abstract

WO 200200404 A UPAB: 8 March, 2002

NOVELTY - Preservation of wood, comprises heating the wood to above 220 deg. C to decompose its hemi-cellulose, before immersing it into a bath of impregnation product at a lower temperature.

USE - For thermal treatment and impregnation to the core of wood products.

ADVANTAGE - Thermal treatment breaks down and thermally-condenses lignocellulose in a process known as retification, which improves physical and chemical properties. Resistance to biological attack is improved, the wood becomes more hydrophobic, mechanical properties are enhanced, and dimensional stability is increased. Immersion and impregnation prevent re-entry of oxygen, which can cause deterioration. Basic treatment neutralizes acetic and any other acids, preventing subsequent corrosion of metal fittings and fastenings. The wood is immersed hot; cooling in the gas pores and cavities then reduces pressure, and induces impregnant into them for complete treatment.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - A simple plant implementation is shown schematically.

Paraffin wax bath 150 deg. C (Tg) 1

Mineral oil 240 deg. C, retification 2 Dwg.1/4

Inventor(s)

GUYONNET, R

Assignee(s)

(ARME) ARMINES ASSOC RECH DEV METHODES

Application Information

29 June, 2001; FR 2810917

Priority Information

FR 2000-8505 30 June, 2000

Patent Information

Number	Kind	Date	Application	Date
(1)WO 2002000404	A1	3 January, 2002	WO 2001-FR2102	29 June, 2001
FR 2810917	A1	4 January, 2002	FR 2000-8505	30 June, 2000
AU 2001070724	A	8 January, 2002	AU 2001-70724	29 June, 2001

(1) RW: AT BE CH CY DE DK EA ES FI FR GB GH GM GR IE IT KE LS LU MC MW MZ NL OA PT SD SE SL SZ TR TZ UG ZW W: AE AG AL AM AT AU AZ BA BB BG BR BY BZ CA CH CN CU CZ DE DK DZ EC EE ES FI GB GD GE GH GM HR HU ID IL IN IS JP KE KG KP KR KZ LC LK LR LS LT LU LV MD MG MK MN MW MX MZ NO NZ PL PT RO RU SD SE SG SI SK SL TJ TM TR TT UA UG US UZ VN YU ZA ZW

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
3 janvier 2002 (03.01.2002)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 02/00404 A1

(51) Classification internationale des brevets⁷ : B27K 5/00,
3/04

(72) Inventeur; et

(75) Inventeur/Déposant (pour US seulement) : GUY-
ONNET, René [FR/FR]; 3, rue de la Harpe, F-42000
Saint-Etienne (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR01/02102

(22) Date de dépôt international : 29 juin 2001 (29.06.2001)

(74) Mandataire : PUIROUX, Guy; Cabinet Bruder, 3, avenue
Bugeaud, F-75116 Paris (FR).

(25) Langue de dépôt : français

(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK,
DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID,
IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT,
LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL,
PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA,
UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
00/08505 30 juin 2000 (30.06.2000) FR

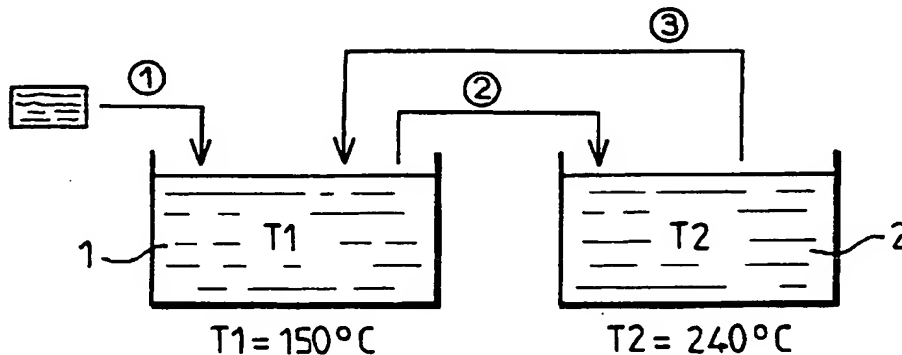
(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US)
: A.R.M.L.N.E.S.-ASSOCIATION POUR LA
RECHERCHE ET LE DEVELOPPEMENT DES
METHODES ET PROCESSUS INDUSTRIELS
[FR/FR]; 60, boulevard Saint-Michel, F-75272 Paris
Cedex 06 (FR).

(84) États désignés (régional) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen
(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU,
MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD FOR CORE IMPREGNATION OF WOODEN PARTS BY THERMAL TREATMENT IN SOLUTIONS

(54) Titre : PROCEDE D'IMPREGNATION A COEUR DE PIECES DE BOIS PAR TRAITEMENT THERMIQUE EN BAINS



(57) Abstract: The invention concerns a method for treating wood with an impregnating product. Said method is characterised in that it comprises a step which consists in treating the wood to be heat-impregnated at a temperature higher than 220 °C, so as to decompose the hemicelluloses thereof, followed by a step which consists in immersing said wood in a liquid bath, consisting of the impregnating product, which is at a temperature lower than the temperature of the wood derived from the heating step.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de traitement du bois par un produit d'impregnation. Ce procédé est caractérisé en ce qu'il comporte une étape consistant à traiter le bois à imprégner par la chaleur à une température supérieure à 220 °C, de façon à décomposer les hémicelluloses de celui-ci, suivie d'une étape consistant à immerger ce bois dans un bain liquide, constitué du produit d'impregnation, qui se trouve à une température inférieure à la température du bois en sortie de l'étape de chauffage.

WO 02/00404 A1



Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

**"PROCÉDE D'IMPREGNATION A COEUR DE PIÉCES DE BOIS
PAR TRAITEMENT THERMIQUE EN BAINS"**

La présente invention concerne un procédé permettant
5 d'imprégner à coeur des pièces de bois, en sortie d'un
traitement par la chaleur, et ceci par immersion de ces
pièces dans un liquide d'imprégnation.

On a proposé, dans le but d'améliorer les propriétés
du bois, et notamment sa stabilité dimensionnelle ainsi
10 que sa résistance à la dégradation, différents procédés
de traitement. Ces divers procédés font appel pour la
plupart à des techniques d'imprégnation au moyen de
substances liquides actives qui, parfois, sont sous
pression lorsque l'on souhaite effectuer un traitement en
15 profondeur.

Ainsi, dans le procédé Bethel, qui est l'un des plus
anciens et des plus connus dans cette technique, le bois
est disposé dans un autoclave dans lequel, après
réalisation d'un vide poussé permettant de vider ses
20 cellules de l'air et de l'humidité qu'elles contiennent,
on le soumet à une imprégnation par une solution aqueuse
active contenant des sels de traitement, cette opération
étant effectuée sous pression. Les produits de traitement
utilisés sont notamment des solutions à base de cuivre,
25 de chrome ou d'arsenic en ce qui concerne les produits
minéraux, ou de créosote en ce qui concerne les produits
organiques. Ces différents produits de préservation sont

des composés toxiques qui ne sont plus acceptés par les nouvelles normes relatives à l'environnement.

On a également proposé, notamment en vue de conférer au bois de meilleures propriétés mécaniques, et notamment
5 de meilleures propriétés de dureté, d'imprégner celui-ci à l'aide de monomères organiques, tels que des résines polyester, en faisant appel à une technique vide/pression, puis de réaliser une polymérisation in situ du monomère afin de solidifier la résine et former
10 ainsi un composite bois/plastique:

On a également proposé, notamment dans les brevets WO-A-98/39104 et WO-A-99/65615, d'imprégner le bois, à l'aide de moyens vide/pression, par des produits qui sont des dérivés organiques d'acides gras ou d'huiles
15 minérales. Cependant, l'interface n'est pas favorable en raison de l'incompatibilité quasi fondamentale qui existe entre le bois, aux propriétés hydrophiles, et les produits organiques utilisés qui ont des propriétés hydrophobes, si bien qu'il est nécessaire de mettre en
20 oeuvre des pressions importantes afin de faire pénétrer les produits de traitement au coeur du bois, sous peine de n'effectuer qu'un traitement superficiel.

On a enfin développé, depuis quelques années, un procédé de traitement du bois dit « réтификаction » qui ne
25 fait pas appel à des produits de traitement additionnels, l'essentiel de ce procédé consistant à soumettre le bois à un traitement thermique destiné à provoquer au sein de celui-ci des réactions de thermocondensation au niveau de

la matière ligno-cellulosique. On sait que les bois ainsi traités bénéficient de qualités physico-chimiques, biologiques et mécaniques très améliorées et notamment d'une excellente stabilité dimensionnelle. Il a par ailleurs été constaté que ces bois présentaient un caractère hydrophobe amélioré.

Cette opération de traitement contrôlé du bois par la chaleur s'effectue habituellement dans des fours ou réacteurs. Si un tel mode opératoire ne présente pas de difficulté majeure lorsqu'il est mis en oeuvre au niveau du laboratoire, il n'en est plus de même lorsque cette mise en oeuvre s'effectue au niveau industriel. L'un des problèmes rencontrés provient de la difficulté qui existe à maintenir, pendant un temps déterminé, une enceinte de fort volume à une température qui est à la fois uniforme dans le temps et dans l'espace. A cela s'ajoute un problème qui est lié à une forte tendance à l'oxydation, voire à l'inflammabilité, des bois traités lorsqu'ils se trouvent, à haute température en présence d'oxygène. Ce problème est résolu en maintenant le bois à traiter, pendant les phases de chauffage, dans une atmosphère exempte d'oxygène, ce qui peut notamment s'obtenir en pulsant, dans l'enceinte de traitement, un gaz inerte et notamment du dioxyde de carbone ou de l'azote.

Ces réacteurs doivent en conséquence être pourvus de moyens permettant de contrôler leur atmosphère interne, ce qui se traduit d'une part par un coût de fabrication élevé de ceux-ci et d'autre part par un prix de revient

de l'opération de traitement important en raison de la consommation du gaz inerte utilisé.

Par ailleurs on sait de façon générale que les transferts thermiques qui se forment entre les gaz et les solides sont la plupart du temps difficiles. Si, dans le cas de réacteurs de laboratoire, un tel transfert ne présente guère de difficulté, il n'en est pas de même lorsque l'on passe à l'échelle industrielle, et des problèmes sont rencontrés au niveau notamment de la phase de refroidissement qui nécessite un temps de séjour particulièrement long du bois dans le réacteur.

C'est pourquoi il a été proposé, dans l'état antérieur de la technique, par le brevet US-A-2 296 316, un procédé de traitement du bois destiné à éviter le gonflement de celui-ci lorsqu'il se trouve ensuite en présence d'eau. Ce procédé consiste à plonger le bois dans un bain liquide, constitué d'un mélange d'acétate de sodium et de potassium porté à une température de l'ordre de 290°C pendant une durée de l'ordre de quinze à trente minutes. En fin du procédé de traitement, le bois est extrait du bain pour être refroidi et nettoyé en surface. Dans ces conditions on notera que le bois se trouve alors en contact avec l'oxygène de l'air, de sorte qu'il subit un choc thermique brutal au cours du refroidissement, et l'air pénètre à l'intérieur de ses pores et oxyde ces derniers. Il en résulte que les qualités qui ont été acquises par le traitement thermique dans le bain, sont perdues au cours d'un tel procédé de refroidissement.

On a d'ailleurs constaté que les bois ainsi traités
présentaient des caractéristiques mécaniques affaiblies
ainsi que nombre d'éclatements et de fendillements. C'est
sans doute pour cette raison que cette technique, malgré
5 son ancienneté, n'a jamais réussi à s'imposer et qu'elle
est à l'heure actuelle quasiment abandonnée.

On sait par contre que la technique de réтификаction
du bois est particulièrement intéressante en ce qu'elle
permet de libérer les cellules de celui-ci des matières
10 végétales qu'elles contiennent, telles que notamment les
hemi-celluloses, si bien que les bois ainsi traités
présentent un caractère hydrophobe plus marqué, une
porosité ouverte légèrement augmentée qui rend ce
matériau plus propice à l'adsorption de produits inertes
15 ou au contraire de produits actifs tels que par exemple
des insecticides comme les produits anti-termites ou les
composants ignifugeants.

La présente invention a pour but de proposer un
procédé d'imprégnation du bois qui comprend ainsi une
20 première étape de traitement du bois par la chaleur, et
notamment une étape de type dit de réтификаction,
permettant d'introduire dans la masse du bois, au coeur
de celle-ci, un produit de traitement destiné à améliorer
certaines de ses caractéristiques.

25 La présente invention a ainsi pour objet un procédé
de traitement du bois par un produit d'imprégnation,
caractérisé en ce qu'il comporte une étape consistant à
traiter le bois à imprégner par la chaleur à une

température supérieure à 220°C, de façon à décomposer les hémicelluloses de celui-ci, suivie d'une étape consistant à immerger ce bois dans un bain liquide, constitué du produit d'imprégnation, qui se trouve à une température inférieure à la température du bois en sortie de l'étape de chauffage.

Préférentiellement la différence entre la température du bain d'imprégnation et celle du bois avant son immersion dans celui-ci sera de l'ordre de 80°C à 200°C.

L'invention sera d'autant efficace que le procédé comportera une étape préliminaire au cours de laquelle on soumet le bois à une température égale à sa température de transition vitreuse, et l'on maintient le bois à cette température tant qu'il n'a pas atteint, dans sa totalité, ladite température de transition vitreuse.

Suivant l'invention au moins l'une des phases constitutives de l'étape de traitement du bois par la chaleur sera réalisée par l'immersion de ce bois dans au moins un bain d'au moins un produit de traitement dont la température est appropriée à l'étape de traitement réalisée. Dans ce mode de mise en oeuvre on pourra utiliser, en tant que produit d'imprégnation, l'un des produits formant l'un des bains ayant servi pour le traitement à haute température.

On comprend, que lors de cette étape d'imprégnation, la température du bois diminuant au contact du bain d'imprégnation, les pressions internes existant à

l'intérieur des fibres et canaux de celui-ci diminuent suivant la loi des gaz parfaits, si bien que la pression existant dans les pores du bois diminue et que ceux-ci vont « aspirer » le bain liquide dans lequel le bois est plongé.

On peut bien entendu utiliser un tel mode de mise en oeuvre de l'invention pour charger les cellules d'un bois rétifié avec un produit neutre, tel que notamment de la paraffine, si l'on souhaite par exemple améliorer le caractère hygrophobe du bois traité par rétification, ou adsorber un produit d'ignifugation, des solutions minérales qui peuvent servir ensuite à minéraliser le bois traité, ou un produit insecticide.

Dans le cas où le produit d'imprégnation est une solution minérale, on peut avantageusement faire appel à une solution de chaux sur laquelle on fait agir, après imprégnation, du dioxyde de carbone. On réalise ainsi une minéralisation du bois. Le dioxyde de carbone, ainsi qu'exposé ci-après peut également provenir du bois lui-même ou, plus précisément, de la décomposition des hémicelluloses lors de l'étape de chauffage du bois.

La présente invention présente également d'autres avantages. On sait en effet que le craquage des hémicelluloses, qui se produit au cours du traitement thermique dit de rétification libère non seulement du dioxyde de carbone mais également de l'acide acétique. Ce composant organique produit deux effets néfastes sur le bois ainsi traité thermiquement : d'une part il confère

au matériau un caractère acide très marqué (pH de l'ordre de 3 à 4) qui risque de créer une corrosion de matériaux métalliques en contact avec le bois traité et, d'autre part, il confère à ce dernier une odeur caractéristique qui met longtemps à disparaître. Enfin, l'acide acétique provoque, par attaque acide, une dépolymérisation de la cellulose qui, selon l'importance du traitement, contribue à diminuer les caractéristiques mécaniques du bois. Suivant la présente invention, il est possible, en utilisant un bain d'imprégnation à caractéristiques basiques, de neutraliser l'acide acétique ainsi généré au cours de l'opération de traitement thermique à haute température et d'éviter ainsi les inconvénients précédemment mentionnés.

Suivant la présente invention il est intéressant de réaliser l'ensemble des différentes phases et étapes du procédé à savoir un séchage, une phase de transition vitreuse, une phase de réification proprement dite et enfin une phase de refroidissement, par passage dans des bains liquides successifs de nature et de température appropriées.

Le procédé suivant l'invention permet de réaliser ainsi des économies substantielles sur le plan de l'énergie. De plus le présent procédé permet d'éviter tous les chocs thermiques et toutes les réactions d'oxydation auxquels un bois particulièrement vulnérable est soumis puisqu'il se trouve à haute température. Il permet ainsi d'assurer au bois traité une phase de

relaxation au cours de son refroidissement, ainsi qu'un rééquilibrage de ses contraintes internes, ce qui évite la création de défauts tels que notamment des fendillements ou des craquelures.

5 On décrira ci-après à titre d'exemple non limitatif une forme d'exécution de la présente invention, en référence au dessin annexé sur lequel :

La figure 1 est une représentation schématique d'une installation permettant de mettre en oeuvre un procédé de
10 réтификаtion/adsorption suivant l'invention.

La figure 2 est une représentation schématique d'une variante de mise en oeuvre du procédé représenté sur la figure 1.

La figure 3 est un diagramme représentant la
15 variation de la température en fonction du temps d'échantillons de bois au cours d'un procédé de traitement de réтификаtion par bain suivant l'invention.

La figure 4 est une représentation schématique d'une variante de mise en oeuvre du procédé suivant
20 l'invention.

Dans un premier mode de mise en oeuvre du procédé de traitement du bois suivant l'invention qui est représenté sur la figure 1, on se propose de traiter à haute température trois types d'échantillons de bois : du
25 hêtre, du peuplier et du pin maritime, suivant le procédé de traitement haute température, dit de réтификаtion, qui est effectué en bain, et d'assurer le contrôle du

refroidissement de ces échantillons de bois traité dans un bain d'imprégnation constitué de paraffine.

A titre comparatif, des essais ont été réalisés sur des échantillons de bois identiques qui ont été soumis au même traitement thermique mais dont la phase de refroidissement a été effectuée suivant l'état antérieur de la technique, c'est-à-dire que cette phase de refroidissement a été effectuée sous milieu gazeux, à savoir dans une atmosphère de dioxyde de carbone.

On a utilisé pour chaque échantillon deux bacs de traitement à savoir un premier bac 1 contenant de la paraffine portée à une température T1 d'environ 150°C et qui correspond à la valeur de la température de transition vitreuse des trois échantillons de bois, et un second bac 2 contenant de l'huile minérale portée à une température T2 de l'ordre de 240°C, cette température représentant la température de réification.

Les échantillons étaient constitués de barreaux cylindriques de 50mm de diamètre et d'une longueur de 160mm, soit d'un volume de 314 cm³.

Ces échantillons ont été soumis à un traitement de réification dont les différentes étapes connues caractéristiques sont représentées sur le diagramme de la figure 3. (Variation des température de l'échantillon en fonction du temps).

Dans une première phase de l'étape de chauffage on a plongé les échantillons de bois dans le bac 1 de paraffine à 150°C et on les y a maintenus pendant une

durée t_2 de façon d'une part à leur faire subir un séchage (partie o-a de la courbe) et d'autre part amener l'ensemble de leur volume à la température de transition vitreuse (partie a-b de la courbe). Lorsque l'on a été
5 sûr que chaque partie des échantillons a bien atteint cette température T_1 de 150°C , on a extrait ces derniers du bac 1 pour les plonger dans le bain contenu dans le bac 2 qui se trouve à la température de réification T_2 de 240°C . On a maintenu les échantillons dans le bain du
10 bac 2 (partie c-d de la courbe) pendant la durée nécessaire à la phase de réification proprement dite puis, dès que celle-ci a été terminée, à l'instant t_3 , on a extrait les échantillons du bac 2 pour les replonger immédiatement dans le bain de paraffine du bac 1 à 150°C
15 (partie d-e de la courbe) jusqu'à l'instant t_4 .

Sous l'effet de la réification proprement dite qui se produit au cours du chauffage suivant le palier c-d de la courbe de la figure 3, les hémicelluloses sont décomposées et un dégagement gazeux se produit. Dans ces
20 conditions lorsque l'on plonge les échantillons dans le bain de paraffine du bac 1 qui se trouve à la température T_1 inférieure à la température T_2 on provoque une condensation de ce dégagement gazeux, si bien que suivant la loi des gaz parfaits, la pression interne des cellules
25 du bois diminue, si bien que les cellules de celui-ci «aspirent» alors le bain de paraffine et se remplissent ainsi de cette matière.

On a ensuite, à l'instant t_4 , extrait les échantillons du bain de paraffine et, après refroidissement total (instant t_5) on les a étudiés.

Les résultats sont reportés dans les tableaux 1, 2,
5 3 ci-après.

TABLEAU 1 : Pin maritime

	Masse échantillon (grammes)		Variation de masse		Taux d'imprégnation
	Avant	Après	(en grammes)	(en %)	
Refroidissement classique sous gaz	753,91	655,17	- 98,74	13,09	-
Refroidissement suivant l'invention en bain	752,82	792,04	+ 39,22	5,20	16,99%

On a soumis une seconde série d'échantillons de bois identique au même procédé de réticulation, mais l'étape
 5 de refroidissement (partie d-e de la courbe) a été effectuée sous atmosphère gazeuse à savoir sous dioxyde de carbone. On a reporté dans les tableaux 1, 2, 3 les résultats correspondants.

TABLEAU 2 : Hêtre

	Masse échantillon (grammes)		Variation de masse		Taux d'imprégnation
	Avant	Après	(en grammes)	(en %)	
Refroidissement classique sous gaz	807,62	731,60	- 76,02	- 9,40	-
Refroidissement suivant l'invention en bain	805,70	849,43	+ 43,73	+ 5,42	14,22%

TABLEAU 3 : Peuplier

	Masse échantillon (grammes)		Variation de masse		Taux d'imprégnation
	Avant	Après	(en grammes)	(en %)	
Refroidissement classique sous gaz	409,20	381,40	- 27,80	- 6,79	-
Refroidissement suivant l'invention en bain	441,90	537,95	+ 96,05	-	32,45%

5 Ces tableaux représentent ainsi :

- la masse de l'échantillon avant et après traitement (en grammes)
- la variation de masse de l'échantillon suite au traitement (en masse et en %)
- 10 - le taux d'imprégnation du bois traité.

Dans le cas du traitement thermique avec refroidissement sous gaz suivant l'état antérieur de la technique, on constate une perte de masse des échantillons de bois qui se traduit par un abaissement de la masse volumique du matériau et qui entraîne une diminution des propriétés intrinsèques et notamment des caractéristiques mécaniques des bois ainsi traités.

Au contraire, dans le cas du traitement thermique avec refroidissement en bain on constate, pour les trois essences étudiées, une augmentation de la masse du matériau et de sa masse volumique. Cette augmentation pondérale correspond à l'adsorption de paraffine réalisée

par l'échantillon au cours de son refroidissement. Elle varie de 5% pour le pin maritime à 21,7% pour le peuplier, ce qui montre bien que la pénétration de la paraffine s'est effectuée jusqu'au coeur du bois.

5 Des tests effectués sur les deux séries d'échantillons ont montré que la résistance au gonflement des échantillons imprégnés, lorsqu'on les dispose ensuite dans un milieu humide, était bien supérieure à celle des échantillons non imprégnés qui, pourtant, en raison de
10 leur traitement de réticulation est de très haut niveau.

Un tel traitement se révèle particulièrement intéressant en raison notamment d'une part de son extrême facilité de mise en oeuvre et d'autre part de l'accroissement de la résistance au gonflement des
15 échantillons ainsi traités lorsqu'on les dispose en atmosphère humide.

Ainsi que mentionné précédemment le procédé suivant l'invention permet de pallier un inconvénient des procédés de traitement du bois à haute température. En
20 effet lors d'un tel traitement on sait que le craquage des hémicelluloses a pour effet de libérer de l'acide acétique, dont la présence dans le bois traité a des effets indésirables sur celui-ci. Suivant l'invention, on peut éliminer cet acide acétique en utilisant un bain de
25 refroidissement 3 contenant un produit basique apte à neutraliser celui-ci.

La présente invention est particulièrement intéressante pour réaliser du bois de type "minéralisé".

Dans un tel mode de mise en oeuvre on utilise du lait de chaux en tant que produit absorbable par le bois. On sait en effet que, lors de l'étape de réтификаction proprement dite, qui correspond au palier c-d de la courbe de la figure 3, la décomposition des hémicelluloses produit un dégagement gazeux particulièrement riche en dioxyde de carbone.

Dans ces conditions, lors de l'étape de refroidissement/imprégnation, correspondant à la partie d-e de la courbe précédemment mentionnée, la chaux agit sur l'acide acétique formé lors de l'étape c-d précédente pour le neutraliser, ce qui a pour effet d'empêcher la dépolymérisation de la cellulose et le dioxyde de carbone agit sur le lait de chaux pour former un carbonate de calcium.

On obtient ainsi un bois "minéralisé" dont la dureté a en conséquence été fortement augmentée, qui est ignifugé, et qui de plus résiste aux insectes.

De plus cette fourniture de dioxyde de carbone est gratuite, ce qui est intéressant en ce qui concerne le prix de revient de cette opération. Mais également elle se révèle particulièrement efficace puisque le contact entre le dioxyde de carbone et le lait de chaux se fait de façon quasi idéale, dans la mesure où il provient des cellules mêmes qui vont aspirer le lait de chaux.

La présente invention se prête particulièrement bien à un traitement du bois en continu. On a ainsi représenté sur la figure 2 un exemple d'un tel traitement. Dans ce

mode de mise en oeuvre on dispose de trois bacs destinés à recevoir successivement les échantillons à traiter. Le premier bac 1 contient de l'huile minérale maintenue à une températures T1 de 150°C, et ce bain servira à
5 effectuer à la fois une phase de séchage des échantillons (partie 0-a de la courbe de la figure 3) et leur maintien à la température de transition vitreuse (pallier a-b) ainsi qu'expliqué précédemment. Le second bain 2 est également constitué par de l'huile minérale, ou par tout
10 autre liquide susceptible d'être porté et maintenu à une température T2 de l'ordre de 240°C sans subir de décomposition chimique notable et qui représente la température de réтификаtion. Le bain 2 recevra les échantillons (pallier c-d) une fois que la phase de
15 maintien dans le bac 1 à la température de transition vitreuse sera terminée, c'est-à-dire lorsque la totalité de la masse du bois à traiter aura atteint la température de 150°C.

Le troisième bain 3 quant à lui, qui sera maintenu à
20 une température T3 inférieure à la température de réтификаtion T2 sera constitué du produit dont on souhaite imprégner les échantillons de bois. Ce produit pourra être notamment un produit insecticide, un produit d'ignifugation, et sera maintenu à la température T3 de
25 l'ordre de 160°C. Dès la fin du pallier de réтификаtion les échantillons de bois ont été immergés dans ce bain (partie d-e).

On peut également, suivant l'invention, réaliser l'étape d'imprégnation sans déplacer le bois à traiter d'un bain dans un autre. Pour ce faire, ainsi que représenté sur la figure 4, le bois à traiter 5 est
5 immergé dans un réacteur 7 qui est en communication avec deux réservoirs 9 et 11 qui contiennent respectivement un premier produit à une température T1 de 150°C et un second produit à une température T2 de 240°C. On réalisera les différentes phases du traitement ainsi que
10 décrit précédemment en admettant dans le réacteur 7 le produit nécessaire à la réalisation de la phase concernée. Puis celle-ci, une fois effectuée, on ramènera le produit dans son réservoir et ceci notamment au moyen de pompes, respectivement 13 et 15 sur la figure 4.

15 Un tel processus présente l'avantage de ne pas exposer le bois à traiter 5 à l'air entre les différentes phases.

On pourrait bien entendu utiliser un dispositif comprenant un nombre quelconque de réservoirs contenant
20 des produits spécifiques à des températures déterminées.

Bien que l'on ait décrit précédemment des modes de mise en oeuvre dans lesquels l'étape de traitement qui s'effectue, préalablement à l'imprégnation, était effectuée par immersion dans des bains, on pourrait bien
25 entendu effectuer cette partie de traitement par des méthodes classiques c'est-à-dire par chauffage dans des fours ou réacteurs.

REVENDICATIONS

1.- Procédé de traitement du bois par un produit d'imprégnation, caractérisé en ce qu'il comporte une
5 étape consistant à traiter le bois à imprégner par la chaleur à une température supérieure à 220°C, de façon à décomposer les hémicelluloses de celui-ci, suivie d'une
étape consistant à immerger ce bois dans un bain liquide, constitué du produit d'imprégnation, qui se trouve à une
10 température inférieure à la température du bois en sortie de l'étape de chauffage.

2.- Procédé suivant la revendication 1 caractérisé en ce qu'il comporte une étape préliminaire au cours de laquelle on soumet le bois à une température égale à sa
15 température de transition vitreuse (Tg), et l'on maintient le bois à cette température tant qu'il n'a pas atteint, dans sa totalité, ladite température de transition vitreuse (Tg).

3.- Procédé suivant l'une des revendications 1 ou 2
20 caractérisé en ce qu'au moins l'une des phases constitutives de l'étape de traitement du bois par la chaleur est réalisée par l'immersion de ce bois dans au moins un bain d'au moins un produit de traitement.

4.- Procédé suivant la revendication 3 caractérisé
25 en ce que le produit de traitement est constitué du produit d'imprégnation.

5.- Procédé suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la différence entre la

température du bain d'imprégnation et celle du bois avant son immersion dans celui-ci est de l'ordre de 80°C à 200°C.

6.- Procédé suivant l'une des revendications
5 précédentes caractérisé en ce que le produit d'imprégnation est un produit basique.

7.- Procédé suivant la revendication 6 caractérisé en ce que le produit d'imprégnation est un produit apte à neutraliser l'acide acétique.

10 8.- Procédé suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que l'on utilise, en tant que produit d'imprégnation, une solution minérale.

9.- Procédé suivant la revendication 8 caractérisé en ce que la solution minérale est une solution de chaux.

15 10.- Procédé suivant la revendication 9 caractérisé en ce qu'on assure une carbonatation de la solution de chaux en utilisant, au moins partiellement, le dioxyde de carbone produit lors du chauffage du bois à ladite température supérieure à 220°C.

1/2

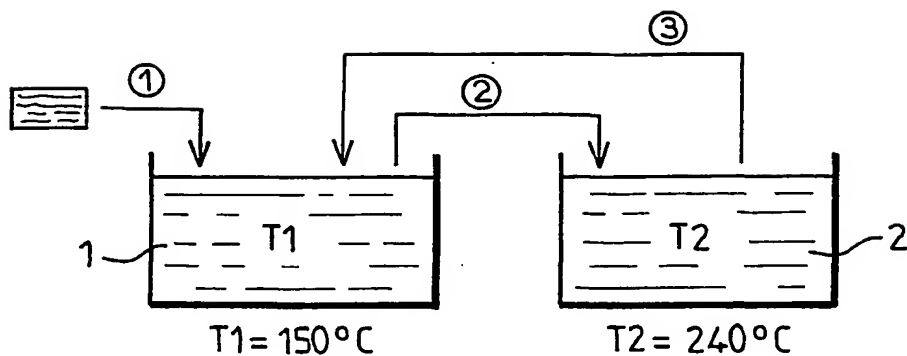


FIG.1

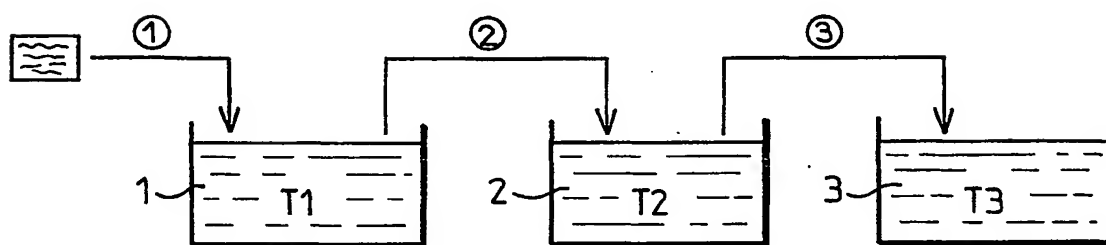


FIG.2

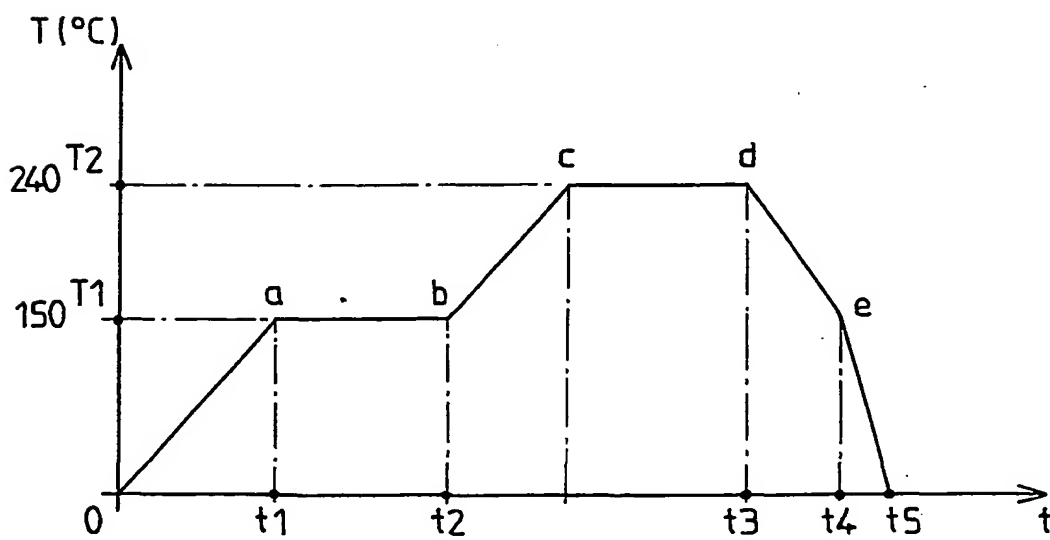


FIG.3

2/2

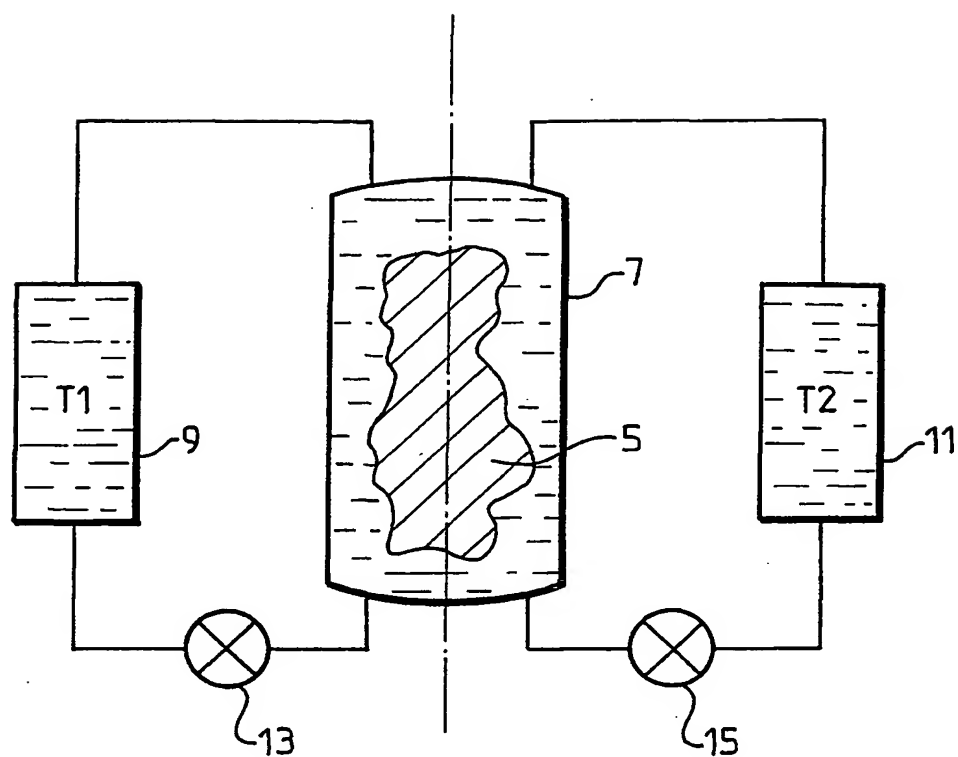


FIG.4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No

PCT/FR 01/02102

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B27K5/00 B27K3/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B27K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 956 934 A (RHONE POULENC AGROCHIMIE) 17 November 1999 (1999-11-17)	1-5
Y	column 1, line 58 -column 2, line 2 column 2, line 17-20 column 5, line 2-26 column 6, line 39-51	1,6-10
Y	DE 40 26 585 A (KYNAST JUERGEN) 5 March 1992 (1992-03-05) the whole document	1,6-10
X	FR 2 209 644 A (FIREWOOD INC) 5 July 1974 (1974-07-05) page 4, line 3-16; claims	1-5
A	CA 976 813 A (CANADIAN WOOD COUNCIL) 28 October 1975 (1975-10-28)	

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 October 2001

Date of mailing of the international search report

16/10/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Dalkafouki, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 01/02102

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0956934	A	17-11-1999	EP 0956934 A1	17-11-1999
			AU 4367099 A	29-11-1999
			WO 9958308 A1	18-11-1999
DE 4026585	A	05-03-1992	DE 4026585 A1	05-03-1992
FR 2209644	A	05-07-1974	US 3928677 A	23-12-1975
			CA 1018763 A1	11-10-1977
			DE 2361119 A1	12-06-1974
			FR 2209644 A1	05-07-1974
			GB 1439950 A	16-06-1976
			JP 49093504 A	05-09-1974
CA 976813	A	28-10-1975	CA 976813 A1	28-10-1975

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De: Internationale No
PCT/FR 01/02102

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 7 B27K5/00 B27K3/04		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 7 B27K		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP 0 956 934 A (RHONE POULENC AGROCHIMIE) 17 novembre 1999 (1999-11-17)	1-5
Y	colonne 1, ligne 58 -colonne 2, ligne 2 colonne 2, ligne 17-20 colonne 5, ligne 2-26 colonne 6, ligne 39-51	1,6-10
Y	DE 40 26 585 A (KYNAST JUERGEN) 5 mars 1992 (1992-03-05) le document en entier	1,6-10
X	FR 2 209 644 A (FIREWOOD INC) 5 juillet 1974 (1974-07-05) page 4, ligne 3-16; revendications	1-5
A	CA 976 813 A (CANADIAN WOOD COUNCIL) 28 octobre 1975 (1975-10-28)	
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <input type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents <input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe </div>		
<div style="display: flex;"> <div style="flex: 1;"> <p>* Catégories spéciales de documents cités:</p> <p>*A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>*E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date</p> <p>*L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)</p> <p>*O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens</p> <p>*P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée</p> </div> <div style="flex: 1;"> <p>*T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention</p> <p>*X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément</p> <p>*Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier</p> <p>*Z* document qui fait partie de la même famille de brevets</p> </div> </div>		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
10 octobre 2001		16/10/2001
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Dalkafouki, A

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De e Internationale No

PCT/FR 01/02102

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0956934	A	17-11-1999	EP 0956934 A1	17-11-1999
			AU 4367099 A	29-11-1999
			WO 9958308 A1	18-11-1999
DE 4026585	A	05-03-1992	DE 4026585 A1	05-03-1992
FR 2209644	A	05-07-1974	US 3928677 A	23-12-1975
			CA 1018763 A1	11-10-1977
			DE 2361119 A1	12-06-1974
			FR 2209644 A1	05-07-1974
			GB 1439950 A	16-06-1976
			JP 49093504 A	05-09-1974
CA 976813	A	28-10-1975	CA 976813 A1	28-10-1975